

PUB-NO: DE004410353A1

DOCUMENT-IDENTIFIER: DE 4410353 A1

TITLE: Process for producing a catalyst for particle removal in the exhaust gas of diesel motor vehicles and a process for particle removal using the catalyst

PUBN-DATE: September 29, 1994

INVENTOR- INFORMATION:

NAME	COUNTRY
CHUNG, HYUN-JONG	KR
GU, BON-CHUL	KR
LEE, KI-HO	KR
LEE, CHUNG-HEE	KR

ASSIGNEE- INFORMATION:

NAME	COUNTRY
YUKONG LTD	KR

APPL-NO: DE04410353

APPL-DATE: March 25, 1994

PRIORITY-DATA: KR930004735A ( March 25, 1993)

INT-CL (IPC): B01J023/40, B01J031/06 , F01N003/02 , B01D053/36

EUR-CL (EPC): B01D053/94 ; B01J023/42, B01J037/02 , F01N003/28

ABSTRACT:

CHG DATE=19990617 STATUS=O> The invention relates to a process for producing a catalyst for particle removal in the exhaust gas of diesel motor vehicles, which is distinguished by a) coating a catalyst support having a specific surface area greater than 1 m<sup>2</sup>/g onto a filter, in particular a refractory

filter, and heating; b) producing colloidal platinum group metal solutions; c) impregnating the refractory filter coated in a) in the colloidal platinum solutions produced in b); d) heating the product obtained in c) at a high temperature. In addition, a process is proposed for producing a colloidal platinum group metal solution for producing a catalyst for purifying exhaust gases of diesel engines, in which the appropriate platinum group metal salt is treated with an aqueous polymer and a reducing agent. A catalyst according to the invention removes the particles by burning these at a low temperature and is effective for decreasing the formation of sulphur trioxide as a result of lower oxidation of sulphur dioxide.



⑯ BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES

PATENTAMT

# Offenlegungsschrift

⑯ DE 44 10 353 A 1

⑯ Int. Cl. 5:

B 01 J 23/40

B 01 J 31/06

F 01 N 3/02

B 01 D 53/36

// B01J 21/04,21/06

DE 44 10 353 A 1

⑯ Aktenzeichen: P 44 10 353.0

⑯ Anmeldetag: 25. 3. 94

⑯ Offenlegungstag: 29. 9. 94

⑯ Unionspriorität: ⑯ ⑯ ⑯

25.03.93 KR 93-4735

⑯ Anmelder:

Yukong Ltd., Seoul/Soul, KR

⑯ Vertreter:

Gramm, W., Prof.Dipl.-Ing.; Lins, E., Dipl.-Phys. Dr. jur.; Rehmann, T., Dipl.-Ing., Pat.-Anwälte;  
Schrammek, H., Rechtsanw., 38122 Braunschweig

⑯ Erfinder:

Chung, Hyun-jong, Seoul/Soul, KR; Gu, Bon-chul, Wulsan, Kyoungsangnam, KR; Lee, Ki-ho, Wulsan, Kyoungsangnam, KR; Lee, Chung-hee, Wulsan, Kyoungsangnam, KR

⑯ Verfahren zur Herstellung eines Katalysators zur Partikelentfernung im Abgas aus Dieselkraftfahrzeugen und ein Verfahren zur Partikelentfernung unter Anwendung des Katalysators

⑯ Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Katalysators durch Partikelentfernung im Abgas aus Dieselkraftfahrzeugen, das sich durch  
a) Beschichten eines Katalysatorträgers mit einer spezifischen Oberfläche größer als 1 m<sup>2</sup>/g auf einen Filter, insbesondere auf einen feuerfesten Filter, und Erhitzen;  
b) Herstellung kolloidaler Platingruppenmetall-Metallösungen;  
c) Imprägnierung des in a) beschichteten feuerfesten Filters in den in b) hergestellten kolloidalen Platinlösungen;  
d) Erhitzen des in c) erhaltenen Erzeugnisses bei einer hohen Temperatur auszeichnet.

Außerdem wird ein Verfahren zur Herstellung einer kolloidalen Platingruppenmetalllösung zur Herstellung eines Katalysators zur Reinigung der Abgase von Dieselmotoren vorgeschlagen, bei dem das entsprechende Platingruppenmetallsalz mit einem wäßrigen Polymer und einem Reduktionsmittel behandelt wird.

Ein erfindungsgemäßer Katalysator entfernt die Partikel durch Verbrennen dieser bei einer niedrigen Temperatur und ist wirksam zur Verminderung der Schwefeltrioxydbildung aufgrund einer geringeren Oxydation von Schwefeldioxyd.

DE 44 10 353 A 1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

BUNDESDRUCKEREI 08. 94 408 039/698

8/36

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Katalysators zur Partikelentfernung im Abgas aus Dieselfahrzeugen und ein Verfahren zur Partikelentfernung unter Anwendung des Katalysators.

5 Die im Abgas von Dieselfahrzeugen emittierten Partikel sind unverbrannte Kohlenstoffpartikel mit einem durchschnittlichen Durchmesser von  $0,3 \mu\text{m}$ . Die unverbrannten Kohlenstoffpartikel stellen das größte Problem der Luftverschmutzung dar, wenn ein hoher Anteil an Dieselfahrzeugen existiert. Der Partikelanteil über dem Umgebungsstandardwert (der Smog-Verordnungswert für Hochleistungsfahrzeuge betrug 1993 40%) kann eine gefährliche Erkrankung an Menschen wie Krebs sowie ernsthafte Krankheitsbilder verursachen. Demzufolge sind strenge Abgasverordnungen für diese Partikel erforderlich.

10 Die Verordnung für Hochleistungs-Dieselfahrzeuge wird sich auf einem sich verstärkenden Trend befinden:  $0,67 \text{ g/HP} \times \text{h}$  1996 in Korea und  $0,1 \text{ g/HP} \times \text{h}$  1994 in den USA; viele Studien zur Partikelentfernung aus Dieselfahrzeugen sind durchgeführt worden.

15 Die Ziele bei der Entwicklung der Technologie zur Partikelentfernung sind: Kontrolle der Erzeugung von unverbrannten Partikeln mittels hoher Motoreffizienz, Verbesserung des Verbrennungsverhaltens mittels Kraftstoffadditiven und Nachbehandlung der erzeugten Partikel. Die Methoden, die einen hohen Motorwirkungsgrad und Treibstoffadditive verwenden, können den Verbrennungswirkungsgrad im Motor verbessern, so daß gefährliche Stoffe wie Partikel und Rauch grundlegend verminder werden können, wobei das Ganze sehr kostspielig ist und die moderne Technologie nicht leicht eine solche Regelung ermöglicht, durch die gefährliche 20 Stoffe vollständig als Auspuffgas abgegeben werden. Die Nachbehandlungstechnologie besteht aus dem Filtern der Partikel im Abgas und der Regenerierung des Filters durch Verbrennen der zurückgehaltenen Partikel. Bei der Filtertechnologie konzentriert man sich auf die Selektion von hervorragenden Filtern als effiziente partikelfallen im Abgas und auf Studien zur Anwendung auf aktuelle Kraftfahrzeuge. Die Regenerierungstechnologie wird jedoch benötigt, um die Partikel selbst bei einer niedrigen Temperatur wirksam zu verbrennen, da sonst 25 durch Ansteigen des Abgasdruckes in dem Abgasdurchgang des Motors beim Ausfiltern der Partikel in den Filtern Schäden verursacht werden, der Motorwirkungsgrad herabgesetzt wird und Haltbarkeitsprobleme bei hohen Temperaturbedingungen durch thermischen Schock beim Abbrennen der Filter, auf denen sich die Partikel abgeschieden haben, auf treten. Die allgemein übliche Regenerierungstechnologie beinhaltet die Versorgung sekundärer Energie mittels Brenner oder Heizelement, das Ansteigen der Abgastemperatur mittels 30 Drosselung und das Absenken der Aktivierungsenergie der Oxydationsreaktion durch Zugabe des Katalysators zum Treibstoff oder durch Imprägnierung des Katalysators auf dem Filter.

## Stand der Technik

35 Es existieren Regenerierungstechnologien, bei denen katalytische Methoden zur Partikelentfernung verwendet werden. Diese bedienen sich eines Katalysators, der dreidimensionales feuerfestes Material enthält wie keramischen Schaum, Drahtgewebe, Metallschaum, Wandflußkeramikwabe, offene Flußkeramikwabe und metallischen Schaum, auf dem die Katalysatoren die abgeschiedenen Partikel verbrennen, um die Partikel im Abgas eines Dieselmotors zu sammeln und diese unter Auspuffbedingung (Gaszusammensetzung und Temperatur des 40 Gases) des Abgases unter normalen Arbeitsbedingungen der Dieselmotoren zu entfernen.

45 Die Katalysatoren haben gewöhnlich die folgenden Anforderungen zur Reinigung des Abgases von Dieselmotoren zu erfüllen. Die Katalysatoren müssen in der Lage sein, gefährliche Bestandteile wie unverbrannte Kohlenwasserstoffe sowie Kohlenstoffpartikel mit einer hohen Effizienz, sogar bei einer niedrigen Temperatur, zu entfernen. Außerdem sollten die Katalysatoren eine geringe Umwandlungsaktivität von  $\text{SO}_2$  in  $\text{SO}_3$  aufweisen, wobei das  $\text{SO}_2$  durch nicht gebundenen Schwefel gebildet wird, der in leichtem als Treibstoff verwendeten Öl enthalten ist, um die Bildung von  $\text{SO}_3$  zu verhindern (Umwandlung von Schwefeldioxyd oder Schwefel-Smog, der durch Oxydation von überschüssigem Schwefel erzeugt wird, der in leichtem Öl als Treibstoff enthalten ist, in Schwefeltrioxyd). Die Katalysatoren müssen ebenso eine hohe Haltbarkeit aufweisen, um später bei einer hohen Temperatur zu arbeiten. Die obigen Anforderungen können gemäß den physikalischen und chemischen 50 Eigenschaften wie Typen, Menge und Oberflächengröße der Katalysatoren variiert werden.

55 Bis heute hat es eine Reihe verschiedener Vorschläge zur Verbesserung des Beseitigungseffektes von Partikeln durch Verbrennung gegeben. Die konventionellen Methoden umfassen das Naßbeschichten des Katalysatorträgers wie aktives Aluminiumoxyd oder Titandioxyd auf dem Filter und die Imprägnierung des Filters in Platinlösungen, damit dieser gleichmäßig Platinmetalle aufweist, die als Verbrennungskatalysatoren für Partikel bekannt sind. Aus diesem Grunde sind zwar die obig genannten konventionellen Platinmetallkatalysatoren wirksam zur Entfernung von Kohlenstoffpartikeln, jedoch weisen diese Katalysatoren einen Mangel auf, da diese Schwefeldioxyd in hohem Maße oxydieren, so daß der Anteil an erzeugtem Schwefeltrioxyd anwachsen kann, das eine neue Umweltverschmutzung hervorruft. Demzufolge hat man bis jetzt noch keinen Katalysator gefunden, der alle drei oben genannten Anforderungen als Katalysator zur Abgasreinigung von Dieselmotoren 60 erfüllt.

65 Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein einfaches Verfahren zur Herstellung eines Katalysators zur Abgasreinigung von Dieselmotoren zu schaffen und einen Katalysator bereit zu stellen, der in der Lage ist, gefährliche Bestandteile wie Partikel oder nicht verbrannte Kohlenwasserstoffe im Abgas von Dieselmotoren durch Verbrennen bei einer niedrigen Temperatur und Absenken der Bildung von Schwefeltrioxyd durch Oxydation von Schwefeldioxyd in einem geringen Ausmaß zu entfernen sowie ein Verfahren zur Herstellung von kolloidalen Platingruppenmetallösungen bereitzustellen, das zur Herstellung eines Katalysators zur Abgasreinigung von Dieselmotoren eingesetzt wird und ein Verfahren zur Entfernung von Partikeln aus Dieselmotoren unter Anwendung des Katalysators zur Abgasreinigung von Dieselmotoren bereitzustellen.

Hinsichtlich des Herstellungsverfahrens wird die Aufgabe durch das Verfahren nach Anspruch 1 gelöst. Ein Verfahren zur Herstellung einer kolloidalen Platingruppenmetallösung ist in Anspruch 9 angegeben. Einen erfundungsgemäßen Katalysator beschreibt Anspruch 13.

Vorteilhafte Ausgestaltungen der Erfindung sind den Unteransprüchen entnehmbar.

Die katalytische Verbrennungsaktivität wird durch homogenes Einschließen des Edelmetalls auf dem Filter erhöht. Selbst bei einer geringen eingeschlossenen Katalysatormenge zeigt der Katalysator keine Abnahme des katalytischen Effekts, und auch bei einer niedrigen Temperatur weist er einen hohen katalytischen Effekt auf.

Die Erfindung basiert darauf, daß der Katalysator, der durch Imprägnierung des dreidimensionalen feuerfesten Gebildes, das mit aktivem Aluminiumoxyd beschichtet (washcoating) ist, in zumindest einem Platinmetall-Kolloid aus der Gruppe Platin, Palladium und Rhodium erhalten wird und die Partikel durch katalytisches Entzünden des Abgases im Vergleich mit konventionellen Katalysatoren, die durch Platinsalze hergestellt werden, selbst bei einer geringen Temperatur leicht entzünden kann.

Anhand bevorzugter Anwendungsbeispiele soll die Erfindung nachfolgend beschrieben werden: Die kolloide Platinlösung wird durch Behandlung des entsprechenden Platingruppenmetallsalzes mit einem wäßrigen Polymer und einem Reduktionsmittel hergestellt; im besonderen wird zumindest ein Platingruppenmetallsalz aus der Gruppe Platin, Palladium und Rhodium in einer wäßrigen Polymerlösung wie Polyvinylalkohol, Polyvinylpyrrolidon und Polyacrylsäure aufgelöst und mit einem Reduktionsmittel wie Methanol, Ethanol, Hydrazin und einer Methanol/Natriumhydroxyd-wäßrigen Lösung behandelt.

Das dreidimensionale feuerfeste Gebilde des in der vorliegenden Erfindung eingesetzten feuerfesten Filters ist als dreidimensionales Gebilde bekannt als keramischer Schaum, keramischer Faserschaum, offene Flüsskeramikwabe, Wandflüsswabenmonolith, offene Flüssmetallwabe, Metallschaum und Metallgewebe, die zur Filterung von Dieselpartikeln nützlich sind, wobei diese Aufzählung keine Vollständigkeit erhebt.

Der Katalysatorträger ist ein Material, das zum Einschließen eines Katalysators auf den Filter naßbeschichtet wird und aus Aluminiumoxyd, Siliziumdioxid oder Titandioxid – dem washcoat – mit einer spezifischen Oberfläche größer als  $1 \text{ m}^2/\text{g}$  besteht, wobei diese Materialien nicht die einzigen sind. Zumindest eine kolloide Platingruppenmetalllösung, die aus Platingruppenmetallverbindungen ausgewählt ist, befindet sich in dem Katalysatorträger. Die Anteile an Katalysatorträgern, Palladium, Platin und Rhodium sind vorzugsweise 5 bis 200 g bzw. 0 bis 6 g bzw. 0 bis 6 g bzw. 0 bis 3 g/l des dreidimensionalen feuerfesten Gebildes. Das Abscheidungsverhältnis von mindestens einem Edelmetall aus der Gruppe Palladium, Platin und Rhodium zum Katalysatorträger (Gewichtsverhältnis des Edelmetalls zum Katalysatorträger) beträgt vorzugsweise 0,001 : 1 bis 0,2 : 1.

Die kolloide Platingruppenmetalllösung der vorliegenden Erfindung wird durch Auflösen mindestens eines Edelmetallsalzes aus der Gruppe Palladium, Platin und Rhodium in einer wäßrigen Polymerlösung wie Polyvinylalkohol und Polyvinylpyrrolidon und durch Reaktion des gewonnenen Erzeugnisses mit einem Reduktionsagens wie Methanol, Ethanol, Hydrazin und einer wäßrigen Methanol/Natriumhydroxyd-Lösung hergestellt.

Zur Herstellung eines erfundungsgemäßen Katalysators kann Palladiumnitrat, Palladiumchlorid oder Tetramin-palladiumdichlorid als Ausgangsmaterial für Palladium eingesetzt werden. Chloroplatinsäure oder Tetramin-platin-dichlorid kann als Ausgangsmaterial für Platin eingesetzt werden. Rhodium-chlorid, Rhodium-nitrat oder Triamin-rhodiumhexachlorid kann als Ausgangsmaterial für Rhodium eingesetzt werden. Der Anteil an Edelmetall in chloridhaltiger Lösung beträgt 1 bis 50 g/l. Die Edelmetallpartikel können bei einer Konzentration größer als 50 g/l zusammenballen. Ein wiederholen der Arbeitsvorgänge ist bei einer Konzentration weniger als 1 g/l erforderlich, um die gewünschte Menge an Edelmetallpartikeln zu erhalten, um die gewünschte Leistung des Katalysators zu gewährleisten. Die hergestellte kolloide Lösung kann nach Bedarf auf eine gewünschte Konzentration mit einem Verdünnungsmittel wie Wasser oder Alkohol verdünnt werden.

Der Katalysator aus Metall oder Metalloxyd wird schließlich durch Erhitzen des Filters, der das Platingruppenmetall-Kolloid enthält, auf eine Temperatur von 500 bis 600°C erhalten.

Der Katalysator wird erfundungsgemäß mit oben genannten verschiedenen Verfahren behandelt, wobei die Partikel aus den Dieselfahrzeugen mit den Katalysatoren entfernt werden können.

Das Verfahren zur Entfernung der gefährlichen Bestandteile umfaßt das Entfernen der Partikel aus Dieselfahrzeugen unter Anwendung der mit den obigen verschiedenen Verfahren hergestellten Katalysatoren.

Über die Ausstattung des Filters einschließlich des Metallkatalysators, der nach obigem Prozeß auf einer Filterfalle hergestellt wird, und über die Regenerierung des Filters ist die Eigenschaft des Katalysators zur Entfernung der Partikel bei einer geringeren Abgastemperatur, verglichen mit einem Katalysator, der mit konventionellen Edelmetalllösungen hergestellt ist, ausgezeichnet, wobei sowohl die Bildung des Schwefeltrioxys als auch dessen geringe SO<sub>2</sub>-Oxydationseigenschaft herabgesetzt wird, da auch keine Metallablagerung im Motor, aufgrund der Zugabe von organo-metallischem Treibstoffadditiv zum Treibstoff zur Regenerierung und somit auch keine Induktion von sekundärer Verschmutzung stattfand. Der erfundungsgemäße Katalysator reinigt das Abgas von Dieselmotoren wirksam, da dieser die Menge an Partikeln im Abgas von Dieselmotoren und die emittierte Menge von Schwefeltrioxyd ausgezeichnet verringert.

Die folgenden Beispiele werden die Struktur und die Effekte der vorliegenden Erfindung weiter veranschaulichen, wobei diese aber den Umfang der vorliegenden Erfindung nicht einschränken.

### Beispiel 1

#### Herstellung einer kolloidalen Platingruppenmetalllösung

##### a) Palladium-Kolloid

252 g von Polyvinylpyrrolidon (mittleres Molekulargewicht 10 000 Aldrich Chemical Co., USA) wurden in 1

5 Liter destilliertem Wasser in einem Dreiliterkolben zu einer homogenen Lösung aufgelöst. 30,4 g Palladium-nitrat und 1 Liter Methanol wurden dazugegeben und anschließend vermischt. Die Lösung wurde auf 100° Celsius erhitzt und am Rückflußkühler gekocht. Nach Filtrieren der Lösung wurden 2,070 g einer dunkelbraunen Palladium-Kolloidlösung mit 0,62 Gewichtsprozent an Palladium erhalten (die in den Beispielen 1 bis 5 in der folgenden Tabelle 1 eingesetzt wurde).

b) Platin-Kolloid

10 22 g Polyvinylpyrrolidon (mittleres Molekulargewicht 10 000, Aldrich Chemical Co., USA) wurden in 250 ml destilliertem Wasser in einem Einliterkolben zu einer homogenen Lösung aufgelöst. 2 g Chloro-Platinsäure und 250 ml Methanol wurden dazugegeben und anschließend vermischt. Die Lösung wurde auf 10° Celsius erhitzt und 2 Stunden am Rückfluß gekocht. Nach Filtrieren der Lösung wurden 470 g einer dunkelbraunen Platin-Kolloidlösung mit 0,19 Gewichtsprozent an Platin erhalten (diese wurde in dem Beispiel 8 der folgenden Tabelle 1 eingesetzt).

15

c) Palladium/Platin-Kolloid

20 32 g des Palladium-Kolloids aus a) und 105 g des Platin-Kolloids aus b) wurden vermischt, um 137 g einer dunkelbraunen Palladium/Platin-Kolloidlösung mit 0,15 Gewichtsprozent an Palladium/Platin zu erhalten (diese Lösung wurde in dem Beispiel 6 in der folgenden Tabelle 1 eingesetzt).

d) Rhodium-Kolloid

25 75 g Polyvinylalkohol (mittleres Molekulargewicht 10 000, Aldrich Chemical Co., USA) wurden in 250 ml destilliertem Wasser in einem Einliterkolben zu einer homogenen Lösung aufgelöst. 4,4 g Rhodiumchlorid und 250 ml Methanol wurden dazugegeben und anschließend vermischt. Die Lösung wurde auf 100° Celsius erhitzt und für 2 Stunden am Rückfluß gekocht. Nach Filtrieren der Lösung wurden 525 g einer dunkelbraunen Rhodium-Kolloidlösung mit 0,40 Gewichtsprozent an Rhodium erhalten (diese Lösung wurde in Beispiel 7 in der folgenden Tabelle 1 eingesetzt).

30

Herstellung der Katalysatoren

35 Ein keramischer Waben- oder keramischer Faserfilter wurde für 1 Minute in 1 Liter einer Lösung mit 50 bis 60 Gewichtsprozent an Aluminiumoxyd gegeben (spezifische Oberflächengröße 100 bis 200 m<sup>2</sup>/g), das sich an der keramischen Wabe oder keramischen Faser abstützt und bei einer Temperatur von 70° Celsius getrocknet. Der Filter wurde anschließend für eine Stunde bei einer Temperatur von 600° Celsius erhitzt, um das Aluminiumoxyd auf dem Filter in einer Größenordnung nach der folgenden Tabelle 1 pro Liter Filter naß zu beschichten. Der erhaltene Filter wurde in jede kolloidale Platinmetallösung getan, so daß der Filter die Menge an Edelmetall nach der folgenden Tabelle 1 enthielt, und unter Atmosphäre getrocknet. Der erhaltene Filter wurde für 40 1 Stunde bei einer Temperatur von 400° Celsius erhitzt, um einen Katalysator zu erhalten.

Auswertung der Regenerationstemperaturen von Katalysatoren

45 Der den Katalysator enthaltende Filter wurde in einer Filterfalle hergestellt und in einem Auspuffrohr eines einzylindrischen Dieselmotors (PETTER AVB) installiert, wobei leichtes Öl mit 0,4 Gewichtsprozent an Schwefel im Kraftstoff verwendet wurde. Die Temperatur- und Druckmeßausrüstung wurde um die Falle herum installiert, um die Regenerierung zu messen. Der einzylindrische Dieselmotor wurde unter Normalbedingungen der Atmosphäre mit 2,28 bar, einer Kühlwassertemperatur von 100° Celsius, einer Schmieröltemperatur von 90° Celsius und einer Drehzahl von 2250 U/m betrieben, um den einzylindrischen Dieselmotor in dem Test einzusetzen. Die Regenerierung wurde mittels Temperatur- und Druckmeßausrüstung durch Öffnen der Drossel bestätigt, wobei die Filterregenerierung in den Fällen, in denen die Regenerierung nicht beobachtet wurde, mittels Ansteigen der Abgastemperatur durch weiteres Öffnen der Drossel des Motordynamometers erprobt wurde.

50 Der Abgasdruck im Motorauspuffrohr fiel, während die Temperatur am Ende der Filterfalle durch katalytisches Entzünden der eingefangenem Partikel während der Regenerierung anstieg.

55 Die Regenerationstemperatur bezüglich des Edelmetallanteils, der sich auf dem Aluminiumkatalysatorträger abgeschieden hat, wurde, wie oben beschrieben, bestimmt. Die Regenerationstemperatur des Katalysators, der durch Imprägnierung des Filters in wässriger Chloroplatinatlösung und/oder wässriger Palladiumchloridlösung und Erhitzen des Filters auf eine Temperatur von 600° Celsius erhalten wurde, wurde zum Vergleich mit derselben Methode bestimmt.

60 Der Schwefeltrioxydanteil im Abgas wurde durch Sammeln des Abgases für 2 Minuten in eine Lösung, die Isopropylalkohol und Wasser im Volumenverhältnis von 60 : 40 enthielt, unter Benutzung einer Vakuumpumpe bestimmt und mit einer Standardlösung mittels Flüssigchromatographie verglichen.

Die Ergebnisse sind in der folgenden Tabelle 1 gezeigt.

65

Tabelle 1

(g/L : g pro Liter Filter)

Katalysator-Nr.	Edelmetall	Edelmetall-Typ	Edelmetall-Anteil g/L	Aluminiumoxid g/L	Filter	Regenerations-Temperatur (°C)	Schwefel-Trioxid
Beispiel 1	Pd	Kolloid	1.0	50	Keramische Wabe	175	51
Beispiel 2	Pd	Kolloid	0.4	10	Keramische Wabe	180	43
Beispiel 3	Pd	Kolloid	0.3	60	Keramische Wabe	190	27
Beispiel 4	Pd	Kolloid	0.3	40	Keramische Faser	195	35
Beispiel 5	Pd	Kolloid	0.2	10	Keramische Faser	210	29
Beispiel 6	Pd/Pt	Kolloid	0.2/0.2	40	Keramische Wabe	177	60
Beispiel 7	Pd/Rh	Kolloid	0.2/0.06	20	Keramische Wabe	190	52
Beispiel 8	Pt	Kolloid	0.2	50	Keramische Wabe	150	75
Vergleichs-Beispiel 1	Pd	Edelmetall-Salz	1.0	50	Keramische Wabe	290	69
Vergleichs-Beispiel 2	Pd/Pt	Edelmetall-Salz	0.3/0.1	40	Keramische Wabe	315	73
Vergleichs-Beispiel 3	Pt	Edelmetall-Satz	0.2	60	Keramische Wabe	240	89

Die obige Tabelle 1 zeigt, daß der erfindungsgemäße Katalysator die Partikel im Vergleich mit konventionellen Katalysatoren bei einer geringeren Temperatur verbrennt, um einen ausgezeichneten katalytischen Effekt der Regenerierung von Filtern zu zeigen und die wirksam eine Schwefeltrioxydbildung vermeidet.

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Katalysators zur Partikelentfernung im Abgas aus Dieselfahrzeugen, gekennzeichnet durch

5 a) Beschichten eines Katalysatorträgers mit einer spezifischen Oberfläche größer als 1 m<sup>2</sup>/g auf einen Filter, insbesondere auf einen feuerfesten Filter, und Erhitzen;

b) Herstellung von kolloidalen Platingruppenmetallösungen;

c) Imprägnierung des in a) beschichteten feuerfesten Filters in den in b) hergestellten kolloidalen Platinlösungen;

d) Erhitzen des in c) erhaltenen Erzeugnisses bei einer hohen Temperatur.

10 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Katalysatorträger Aluminiumoxyd, Siliciumdioxid oder Titandioxid ist.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die kolloidale Platingruppenmetallösung zumindest eine aus der Gruppe Platin, Palladium und Rhodium ausgewählte Lösung ist.

15 4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der feuerfeste Filter aus der Gruppe keramischer Schaum, keramischer Faserfilter, offene Flußkeramikwabe, Wandflußwabenmonolith, offene Flußmetallwabe, Metallschaum und Metallgewebe ausgewählt ist.

5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Katalysatorträger in einer Größenordnung von 5 bis 200 g/l zu dem dreidimensionalen feuerfesten Filter dazugegeben wird.

20 6. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Inhalt an Platin, Palladium und Rhodium 0 bis 6 g bzw. 0 bis 6 g bzw. 0 bis 3 g/l des dreidimensionalen feuerfesten Filters beträgt.

7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Gewichtsverhältnis mindestens eines Edelmetalles aus der Gruppe Palladium, Platin und Rhodium zum Katalysatorträger 0,001/1—0,2/1 beträgt.

25 8. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Katalysatorträger naß auf den Filter beschichtet wird.

9. Verfahren zur Herstellung einer kolloidalen Platingruppenmetallösung zur Herstellung eines Katalysators zur Reinigung der Abgase von Dieselmotoren, dadurch gekennzeichnet, daß das entsprechende Platingruppenmetallsalz mit einem wäßrigen Polymer und einem Reduktionsmittel behandelt wird.

25 10. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß das wäßrige Polymer Polyvinylalkohol, Polyvinylpyrrolidon oder Polyacrylsäure ist.

11. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß das Platingruppenmetallsalz zumindest ein aus der Gruppe Platin, Palladium und Rhodium ausgewähltes Salz ist.

30 12. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß das Reduktionsmittel Methanol, Ethanol, Hydrazin oder eine Mischung aus Methanol und Natriumhydroxid ist.

13. Katalysator zur Entfernung von Partikeln aus Dieselkraftfahrzeugen, hergestellt nach einem Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8.

14. Verfahren zur Partikelentfernung aus Dieselkraftfahrzeugen mit einem Katalysator nach Anspruch 12.

35

40

45

50

55

60

65